СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1743357 A3

(51)5 C 08 B 3/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(21) 4613237/05
(22) 18.01.89
(31) 8801562
(32) 25.01.88
(33) GB
(46) 23.06.92. Бюл. № 23
(71) Вернер-Ламберт Компани (US)
(72) Роберт Фредерик Томас Степто (GB) и Бит Доблер (CH)
(53) 678.552(088.8)
(56) Европейский патент № 118240, кл. C 08 L 3/00, 1984.

(54) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ КОМПОЗИЦИЙ КРАХМАЛА

(57) Изобретение относится к процессу переработки в изделия композиций на основе крахмала - бутылки, листовые материалы, планки, трубки, прутки и др. Изобретение позволяет стандартизировать качество изделий и снизить процент их брака. Это достигается за счет того, что композиции, содержащие в качестве основных компонентов крахмал и воду в количестве 10–40% от массы крахмал – вода, нагревают в замкнутом объеме шнекового устройства до получения расплава с последующим его формованием. При этом температуру начала и конца формования устанавливают по сканирующей калориметрической диаграмме – формование расплава проводят при температуре, соответствующей окончанию эндотермического изменения, находящегося на диаграмме перед пиком эндотермического изменения, характерного для термоокислительной деструкции крахмала. 3 ил., 3 табл.

Изобретение относится к процессу переработки в изделия композиций на основе крахмала, предлагаемым способом могут быть получены такие изделия как бутылки, листовые материалы, пленки, трубки, прутки, слоистые материалы, фармацевтические капсулы и др.

Целью изобретения является достижение стандартного качества изделий и снижение процента их брака.

На фиг.1 приведена термоаналитическая система; на фиг.2 – система термического анализа Перкина-Элмера; на фиг.3 – термограмма нативной смеси (кривая В) и картофельного крахмала (кривая А).

Пример 1. Образец нативного картофельного крахмала, который содержит 17% воды в пересчете на общую массу, нагревают в закрытом варочном котле ДСК со скоростью 10°С/мин. Полученная термограмма приведена на фиг.1.

Сверхпревращение (специфический узкий пик, возникающий непосредственно перед эндотермическим изменением, характерным для окислительной и термической деструкции крахмала) отмечено при номинальной температуре 183°С. Два образца одного и того же материала подвергают раздельному нагреву в указанных условиях. Первый образец нагревают до номинальной температуры 195°С непосредственно после завершения процесса превращения. После охлаждения и открывания варочного котла ДСК установлено, что образец превратился в затвердевший прозрачный расплав. Второй образец нагревают в тех же условиях до номинальной температуры только 172°С. После охлаждения и открывания варочного котла ДСК установлено, что образовался не-

(19) SU (11) 1743357 A3

прозрачный материал. Это указывает на незавершенность образования расплава.

Пример 2. ДСК – термограммы получают с использованием нативных крахмалов, содержащих 12, 14, 17, 20, 25, 30, 35 и 42% воды (в массовых процентах от общей массы). Полученный результат приведен на фиг.2. Совершенно очевидно, что сверхпревращение происходит до содержания воды приблизительно 40%.

Пример 3. Различные образцы картофельного крахмала используют для изготовления небольших тонкостенных (приблизительно 0,3 мм толщиной) фармацевтических конвейеров путем инжекционного формования с установкой температур цикла по возрастающей от комнатной до 160°С в течение 3,5 мин. Такие образцы выбраны потому, что их интервал номинальных температур сверхпревращения равен 14°С (183–198°С), как это измерено ДСК-анализом при скорости нагрева 10°С/мин. Отформованные контейнеры осматривают. Процентная доля дефектных отливок приведена в табл.1 в связи с их температурами сверхпревращения. С повышением температуры сверхпревращения материала процентная доля дефектных деталей уменьшается.

Истинная температура расплава в процессе переработки выше устанавливаемой температуры, у эндотермы сверхпревращения интервал составляет приблизительно 20°С, а номинальная температура превышает истинную температуру. Из результатов табл.1 очевидно, что чем ниже номинальная температура сверхпревращения материала, тем выше процентная доля его расплава, которая подвергается эндотермическому сверхпревращению в процессе обработки, и меньше процентная доля дефектных деталей.

Пример 4. Температуру сверхпревращения можно регулировать концентрацией и типом противоионов в крахмале. В табл.2 и 3 приведены температуры превращения для двух крахмалов, находящихся в нативном состоянии и в состоянии, в котором металлические катионы, удалены или замещены другими катионами промывной при комнатной температуре, в результате чего не происходит никакого термического деструктурирования или разложения.

Образец 9 представляет собой нативный крахмал, который содержит 1 г свободных солей на каждые 5 кг крахмала. Этот крахмал промывают при комнатной температуре избытком деминерализованной воды с целью удалить указанные соли, как это определяют гравиметрическим анализом с получением образца 10, которому свойственно снижение на 12°С температур сверхпревращения в сравнении с соответствующим нативным материалом образца 9. Таким образом, переработка крахмала образца 9 при пониженной температуре упрощается промывкой водой.

Второй нативный крахмал (образец 11) промывают избытком 0,1 М соляной кислотой при комнатной температуре, а затем нейтрализуют соответствующим количеством 0,1 М основанием, в результате чего получают катионоактивные крахмалы образцов 12–15, в которых нативные катионы, ассоциированные с фосфатными группами крахмала, замещены единственными разновидностями катионов, как указано в табл.3 (образцы с 12 по 15). В этом случае температура сверхпревращения неожиданно повышается в зависимости от вида катиона.

Переработка образца 10 упрощена в сравнении с переработкой нативного материала. Переработка образцов с 12 и 15 оказалась более трудной, чем переработка нативного материала.

Пример 5. Нативный крахмал (содержание воды – 17%) смешивают с 1% смеси моно-, ди- и триглицеридов жирных кислот, которые характеризуются распределением по длинам цепей, и 0,5% твердого соевого лецитина. Количества добавок рассчитывают основываясь только на одном нативном крахмале.

На фиг.3 приведена термограмма этой нативной смеси (кривая В) и картофельного крахмала совместно с 17% воды (кривая А).

Энтальпия сверхпревращения для кривой В оказывается значительно меньшей, вследствие чего переработка упрощается. Дополнительная эндотерма при пониженных температурах для кривой В соответствует плавлению добавок и является слишком низкой температурой для влияния на гомогенность расплава.

Пример 6. Исходя из крахмальной композиции, содержащей 10% воды по массе композиции, получена термограмма, упомянутая в примере 2. Верхний переход происходит при номинальной температуре 199°С, в результате чего число дефектных деталей равно 6,9%.

Формула изобретения

Способ переработки композиций крахмала, включающий нагревание композиций, содержащих в качестве основных компонентов крахмал и воду в количестве 10–40% от массы крахмал – вода, в замкнутом объеме шнекового устройства до получения расплава и последующее его формование в

изделие при установлении температуры начала и конца формования по сканирующей калориметрической диаграмме, отличающийся тем, что, с целью достижения стандартного качества изделий и снижения процента их брака, формование расплава проводят при температуре, соответствующей окончанию эндотермического изменения, находящегося на диаграмме перед пиком эндотермического изменения, характерного для термоокислительной деструкции крахмала.

Таблица 1

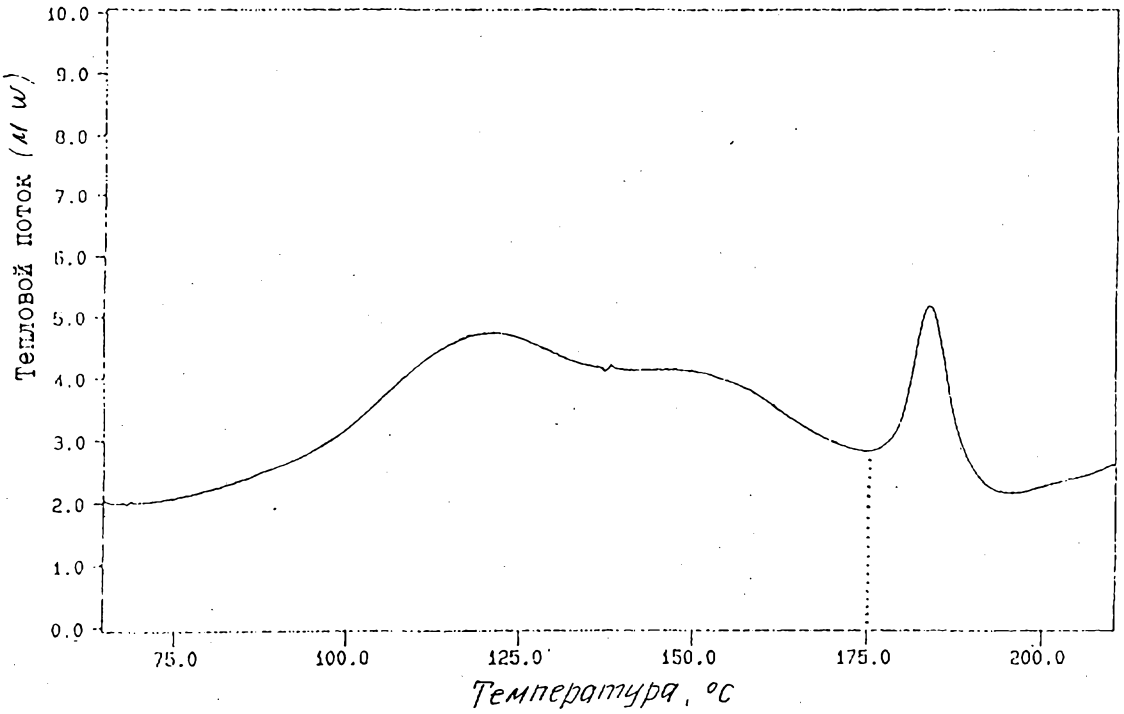
Образец	Номинальная температура сверхпревращения, °С	Задаваемая температура, °С	Процентная доля дефектных деталей
1	197	160	6,8
2	190	160	6,8
3	187,5	160	4,4
4	187	160	3,6
5	185,5	160	2,6
6	185	160	2,3
7	183,5	160	1,0
8	183	160	0,6

Таблица 2

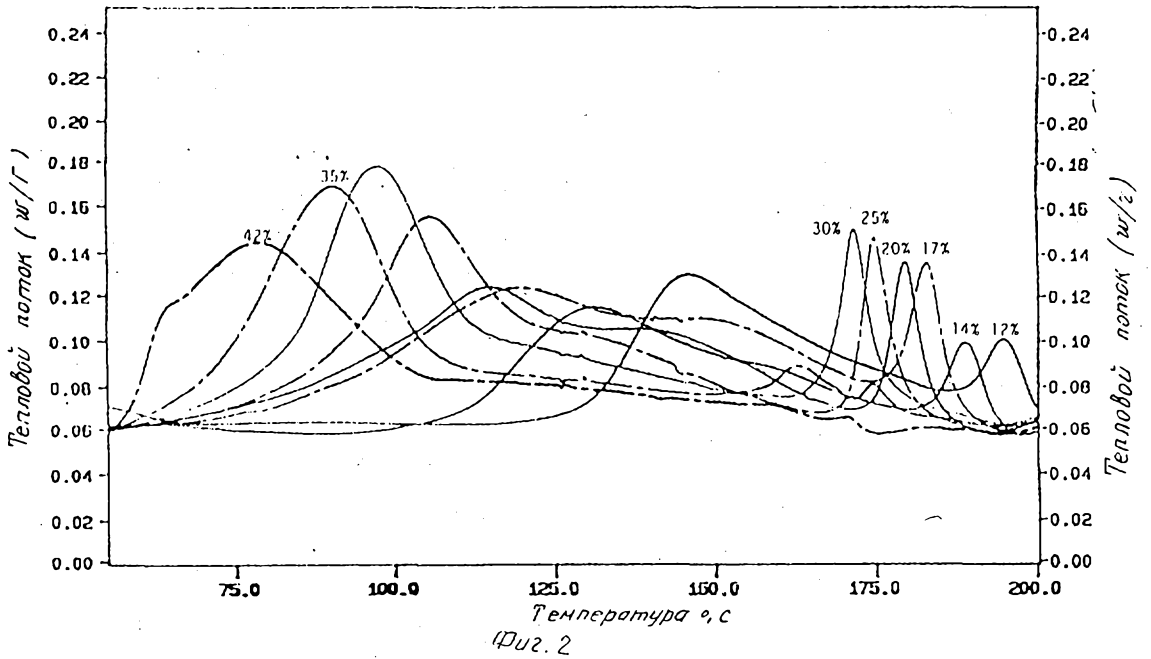
Образец	Обработка	ДСК, 10°С/мин, номинальная температура сверхпревращения
9	Никакой	197
10	Промывка водой для удаления свободных солей	

Таблица 3

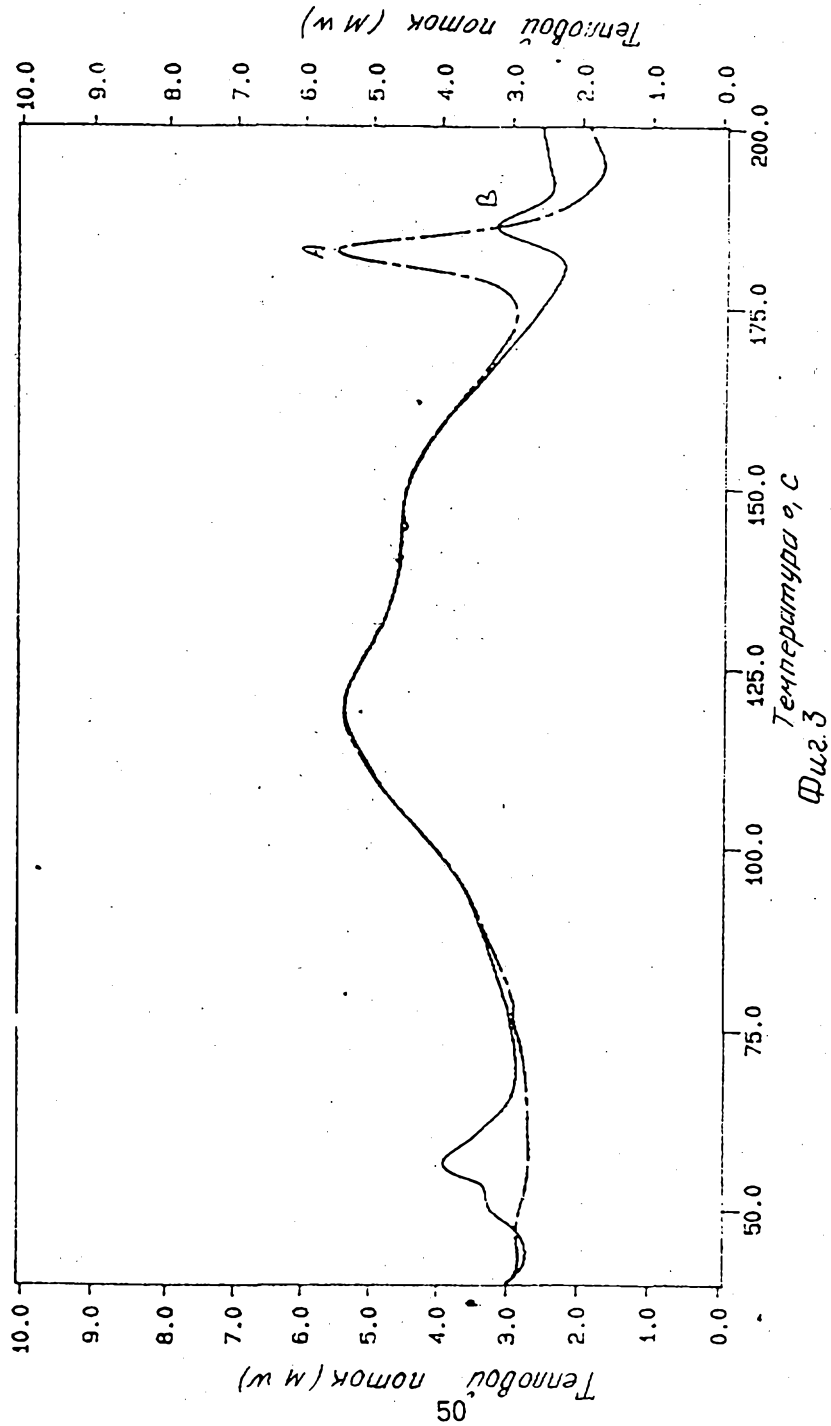
Образец ДСК (10°С/мин, номинальная)	Промывка	Температура сверхпревращения, °С
11	Отсутствует	183
12	Аммоний	199
13	Кальций	200
14	Натрий	211
15	Калий	212


Тепловой поток (мW)
10.0
9.0
8.0
7.0
6.0
5.0
4.0
3.0
2.0
1.0
0.0
75.0
100.0
125.0
150.0
175.0
200.0
Температура, °С

Фиг. 1


Тепловой поток (мг/г)
Тепловой поток (мг/г)
0.24
0.22
0.20
0.18
0.16
0.14
0.12
0.10
0.08
0.06
0.04
0.02
0.00
42%
35%
30%
25%
20%
17%
14%
12%
75.0
100.0
125.0
150.0
175.0
200.0
Температура °, С

Фиг. 2



Фиг. 3

50

Составитель О. Рокачевская
Редактор Н. Рогулич Техред М.Моргентал Корректор Н. Бонкало

Заказ 2297 Тираж Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул.Гагарина, 101